# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平7-89826

(43)公開日 平成7年(1995)4月4日

(51) Int.Cl.6

識別記号 庁内整理番号 Z

FΙ

技術表示箇所

A 6 1 K 7/02

7/42

審査請求 未請求 請求項の数1 FD (全 7 頁)

| (21)出願番号 | 特願平5-257637     | (71)出願人 000001959   |   |
|----------|-----------------|---------------------|---|
|          |                 | 株式会社資生堂             | • |
| (22)出願日  | 平成5年(1993)9月21日 | 東京都中央区銀座7丁目5番5号     |   |
|          |                 | (72)発明者 田中 俊宏       |   |
|          |                 | 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 | 株 |
|          |                 | 式会社資生堂第1リサーチセンター内   |   |
|          |                 | (72)発明者 吉田 麻里       |   |
| •        | •               | 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 | 株 |
|          |                 | 式会社資生堂第1リサーチセンター内   |   |
|          |                 | (72)発明者 高田 定樹       |   |
|          |                 | 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 | 株 |
|          |                 | 式会社資生堂第1リサーチセンター内   |   |
|          |                 |                     |   |
|          |                 | 最終頁に続               | < |

# (54) 【発明の名称】 固型油性化粧料

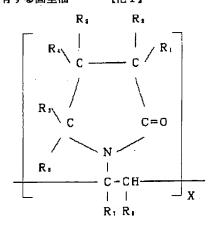
# (57)【要約】

【目的】 肌へのフィット感、耐水性、耐汗性、耐皮脂 性に優れる固型油性化粧料を得る。

油分、ワックス、及び粉末を含有する固型油 【構成】

性化粧料において、下記一般式化1で表されるポリビニ ルピロリドン/α-オレフィン共重合体を配合すること を特徴とする。

【化1】



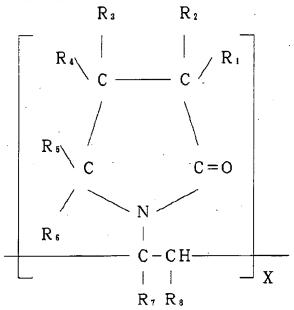
式中、R<sub>1</sub>~R<sub>2</sub>は炭素数18~30の直鎖、又は分岐飽和アルキル基又は水 素原子を示し、R. ~R. の少なくとも1つは、炭素数18~30の直鎖、又は 分岐飽和アルキル基を示す。

1

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】油分、ワックス、及び粉末を含有する固型 油性化粧料において、下記一般式化1で表されるポリビ\* \*ニルピロリドン/α-オレフィン共重合体を配合することを特徴とする固型油性化粧料。

#### 【化1】



式中、 $R_1 \sim R_3$  は炭素数  $1.8 \sim 3.0$  の直鎖、又は分岐飽和アルキル基又は水素原子を示し、 $R_1 \sim R_3$  の少なくとも 1 つは、炭素数  $1.8 \sim 3.0$  の直鎖、又は分岐飽和アルキル基を示す。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、従来にない新規な固型油性化粧料に関し、さらに詳しくは被膜形成能を有するポリビニルピロリドン/α-オレフィン共重合体を配合することで、肌へのフィット感と、耐水性、耐汗性、耐 30 皮脂性に優れる全く新しい固型油性化粧料に関する。

# [0002]

【従来の技術】固型油性化粧料は、主に油分、ワックス、粉末等で構成され、夫々の種類、調整量に応じて目的とする使用特性や化粧持ち特性を得るべく多くの研究がなされてきた。しかしながらこれらの固型油性化粧料は、油分含有量が比較的多いことから汗、水に対する化粧崩れには強いが、皮脂による化粧崩れを生じやすく化粧持続性に劣り、さらに使用性面でもフィット感を上げようとすると、のびが重くなりむらずきするといった欠ようとすると、のびが重くなりむらずきするといった欠ようとすると、のびが重くなりむらずきするといった欠よのためにシリコーン油を用いた化粧持続性の良い化粧料の開発や、最近では、フッ素系油分を配合した化粧料(特開平4-92012号)等が開発されてきた。しかし、これらはいずれも、経時で分泌される皮脂と化粧料とが混合してしまい、化粧崩れを防ぐことは出来なかった。従って、優れた使用感触を持ち、

かつ、耐水性のみならず、耐油性にも優れ皮脂による薬剤や紫外線吸収剤、その他の化粧成分等の消失しにくい 固型油性化粧料の開発が望まれていた。

#### [0003]

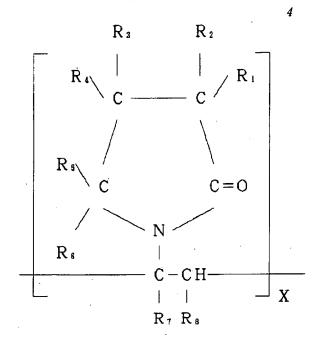
【発明が解決しようとする課題】この様な現状を鑑み、 鋭意研究を重ねた結果、油分、ワックス、及び粉末を含 有する固型油性化粧料において、特定のポリビニルビロ リドン/αーオレフィン共重合体を配合すると、のびの 軽さを保ちながらフィット感を向上することができ、さ らに耐水、耐汗性だけでなく耐油性に優れ、皮脂による 経時での薬効成分や化粧成分の消失が極めて少ない固型 油性化粧料となることを見出だし、この知見に基づいて 本発明を完成するに至った。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、油分、ワックス、及び粉末を含有する固型油性化粧料において、一般式化2で表されるポリビニルピロリドン/αーオレフィン共重合体を配合した固型油性化粧料に関する。

[0005]

[化2]



式中、 $R_1 \sim R_3$  は炭素数  $1.8 \sim 3.0$  の直鎖、又は分岐飽和アルキル基又は水素原子を示し、 $R_1 \sim R_3$  の少なくとも 1 つは、炭素数  $1.8 \sim 3.0$  の直鎖、又は分岐飽和アルキル基を示す。

【0006】以下に本発明の構成について説明する。本発明の必須成分である、実質的に一般式化2で表される現されるポリビニルピロリドン/αーオレフィン共重合体は、アルキル鎖長により常温で液体~固体状を呈し、酸化安定性に優れ、被膜形成能を有するとともに、皮膚、粘膜に対して低刺激でかつ感触も良好な新規油剤である。

3

【0007】上記一般式化2中、炭素数18~30のアルキル基とは、具体的には、オクタデシル、ノナデシル、エイコシル、ヘンエイコシル、ドコシル、トリコシル、テトラコシル、ペンタコシル、ヘキサコシル、ヘプタコシル、オクタコシル、ノナコシル、トリアコンチルのそれぞれアルキル基が挙げられる。炭素数17以下のアルキル基では、被膜形成能が低下して、化粧持続性を向上させるという本発明の目的を達成できない。一方炭素数31以上のアルキル基では、融点の上昇をもたらし、化粧品用の油剤として適さない。

【0008】本発明のポリビニルピロリドン/ $\alpha$ -オレフィン共重合体は、上記一般式化2以外に不純物として少量の $\alpha$ -オレファン及びビニルピロリドンを含むが本発明の目的を達成するためには、これらの不純物はできるだけ少ないほうが望ましい。不純物として含まれる $\alpha$ -オレフィンとは、具体的には、オクタデセン、ノナデセン、エイコセン、ヘンエイコセン、ドコセン、トリコセン、テトラコセン、ペンタコセン、ヘキサコセン、ヘプタコセン、オクタコセン、ノナコセン、トリアコンテンが挙げられる。これらの不純物の含有量は、本発明のポリビニルピロリドン/ $\alpha$ -オレフィン共重合体に対し20重量%(以下%という)であり、望ましくは10%

以下である。

【0009】本発明の固型油性化粧料における上記一般式(化2)のポリビニルピロリドン $/\alpha$ -オレフィン共重合体の配合量は、0.5~30%であり、好ましくは1~20%である。0.5%未満では、被膜効果が発現せず本発明の目的を達成することはできない。また、30%を超えると固型油性化粧料ののびが著しく悪化し、使用感触の点で不適である。

【0010】本発明の固型油性化粧料は、通常化粧料と して使用する温度範囲(0℃~50℃)で流動性がなく 固化しているもの(ペースト状も含む)を示す。本発明 に用いられる油分としては、皮膚安全性の高い通常化粧 料に一般に使用されるもので、例えば、流動パラフィ ン、スクワラン、ヒマシ油、オリープ油、ホホバ油、グ リセリルジイソステアレート、グリセリルトリイソステ アレート、トリメチロールプロパントリー2-エチルイ ソステアレート、グリセリルトリー2-エチルヘキサノ エート、イソプロピルミリステート、セチルー2-エチ ルエキサノエート、グリセリルトリイソステアレート、 2-ヘプチルウンデシルパルミテート、メチルポリシロ キサン、メチルフェニルポリシロキサン、ポリプテン、 ジイソステアリルマレート、ラノリン、揮発性環状シリ コーン油、揮発性鎖状シリコーン油、揮発性炭化水素 油、パーフルオロポリエーテル等が挙げられ、これらの 中から一種または二種以上が任意に選択される。

【0011】本発明に用いられるワックス類は通常化粧料に一般に使用されるもので、例えばポリエチレンワックス、セレシン、固型パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン、ビースワックス、カルナパワッ

クス、キャンデリラワックス、アルキル変性シリコーン ワックス等が挙げられ、これらの中から一種または二種 以上が任意に選択される。これらのワックス類の固型油 性化粧料の全組成中に対する配合率は、一般的に 1~2 0%であり、好ましくは2~10%である。1%未満で は、適度な硬度が得られず、また油分の分離現象等、安 定性に問題を生じる。一方、20%を超えるとのびが極 端に重くなってしまう。

【0012】本発明に用いられる粉末類は通常化粧料に 一般に使用されるもので、例えば、タルク、マイカ、カ 10 オリン、硫酸パリウム、酸化アルミニウム、炭酸マグネ シウム、ペンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、カーボ ンプラック、酸化クロム、二酸化チタン、酸化亜鉛、雲 母チタン、魚りん箔、窒化ホウ素、合成フッ素金雲母、 ナイロン粉末、ポリエチレン粉末、シリコーン粉末、微 粉末とマイカとの複合体粉末等が挙げられ、さらにこれ\*

\*らの粉末をシリコーン類、脂肪酸エステル類、フッ素系 油剤等で疎水化処理した粉末等が挙げられる。本発明の 固型油性化粧料には、上記成分に加え、必要に応じて、 界面活性剤、保湿剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、香料 等が配合される。もちろん、これらは、本発明の効果を 損なわない質的、量的条件下で使用されなければならな W

[0013]

【実施例】つぎに実施例によって本発明をさらに詳細に 説明する。本発明はこれらにより限定されるものではな い。配合量は重量%である。

【0014】下記表1の組成で油性サンスクリーンスチ ックファンデーションを調製し、評価試験した。

[0015]

【表1】

|   | 実施例1                      | 実施<br>例 2         | 比較<br>例 1         | 比較<br>例 2         | 比較<br>例 3         |
|---|---------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 1. セレシン<br>2. ポリエチレンワックス  | 2<br>4                    | 2<br>4            | 2<br>4            | 2 4               | 2 ·<br>4          |
| <ol> <li>スクワラン</li> <li>ジメチルポリシロキサン</li> <li>デカメチルサイクロペンタシロキサン</li> </ol>         | 1 3<br>1 0<br>1 0         | 1 3<br>1 0<br>1 0 | 1 8<br>1 0<br>1 0 | 1 3<br>1 0<br>1 0 | 1 3<br>1 0<br>1 0 |
| 6. オクチルメトキシシンナメート<br>7. ソルビタントリオレエート  | 5                         | 5                 | 5                 | 5                 | 5<br>1            |
| 8. PVP/エイコセンコポリマー *1 9. PVP/トリアコンテンコポリマー*2 10. PVP/ヘキサデセンコポリマー*3 11. トリメチルシロキシケイ酸 | 5<br>-<br>-               | 5                 | -<br>-<br>-       | -<br>-<br>5<br>-  | -<br>-<br>-<br>5  |
| 12. マイカ<br>13. カオリン<br>14. 二酸化チタン<br>15. 球状ポリスチレン<br>16. 酸化鉄系顔料                   | 2 2<br>8<br>1 1<br>6<br>3 | 同左                | 同左                | 同左                | 同左                |
| 17. 香料・薬剤   | 適量                        | 同左                | 同左                | 同左                | 同左                |

\*1 PVP/エイコセンコポリマー GAF社製 ANTARON V-220 主成分 本明細書記載の一般式化2において、Ri、R 3、R4、R5 は水素原子、R2、R6、R7、R 8 は、炭素数20の直鎖、又は分岐アルキル基又は水素原 子であり、R<sub>2</sub>、R<sub>6</sub>、R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>のうち少なくとも1 つは、炭素数20の直鎖、又は分岐アルキル基を示す。 \*2 PVP/トリアコンテンポリマー

GAF社製 ANTARON WP-660 主成分 本明細書記載の一般式化2において、Ri、R s 、 R 4 、 R 5 は水素原子、 R 2 、 R 6 、 R 7 、 R 50 【 0 0 1 6】(製法) 3~1 1 を加熱溶解後、 1 2~ 1

40 。は、炭素数30の直鎖、又は分岐アルキル基又は水素原 子であり、R2、R6、R7、R8のうち少なくとも1 つは、炭素数30の直鎖、又は分岐アルキル基を示す。

\*3 PVP/ヘキサデセンポリマー

GAF社製 ANTARON V-216

主成分 本明細書記載の一般式化2において、R<sub>1</sub>、R s、R4、R6 は水素原子、R2、R6、R7、R 。は、炭素数16の直鎖、又は分岐アルキル基又は水素原 子であり、R2、R6、R7、R8のうち少なくとも1 つは、炭素数16の直鎖、又は分岐アルキル基を示す。

7

6を添加しディスパー分散する。このものをローラー処理し、85℃に加熱する。予め95℃にて加熱溶融、混合しておいた1~2及び17をこれに添加し混合後脱気する。所定の容器に充填し放冷してスチックファンデーションを得た。

【0017】(効果) 実施例1~2、比較例1~3のサンプルについて使用性及び化粧持ちについて以下の基準に従って評価した。

#### 官能評価 (使用感触)

専門パネル10名により官応評価を行い、塗布時のフィ 10 ット感、のび、さっぱりさ及び化粧持ち(塗布後6時間)について、以下の基準で評価した。

◎:10名中8名以上が良好と回答した。

×:10名中3名以下が良好と回答した。

#### 耐水、耐皮脂試験(特殊試験)

人工皮革(モード工芸社製)に一定量(2mg/cm2)のサンプルを塗布し、水及び人工皮脂中で10分間、 提择したのち、サンプルを取りだす。このものをエタノール洗浄しサンプルを抽出する。分光光度系(HITACHI U-3300形ダブルモノクロ分光光度計)にり紫外線吸収剤量を定量し、これにより各サンプルの残存率を求めた。

[0018]

\* 【表2】

|           |      | 実施例1 | 実施例2 | 比較例1 | 比較例 2 | 比較例3 |
|-----------|------|------|------|------|-------|------|
| 塗布時のフィット感 |      | 0    | 0    | ×    | Δ     | Δ    |
| のび        |      | ©    | 0    | 0    | 0     | ×    |
| さっぱり感     |      | 0    | 0    | ×    | Δ     | Δ    |
| 化粧持ち      |      | . ©  |      | ×    | Δ     | 0    |
| 特殊試験 * 1  | 耐水性  | 9 6  | 9 7  | 7 5  | 9 0   | 9 5  |
| (残存率%)    | 耐皮脂性 | 8 8  | 9 2  | 3 4  | 5 1   | .6 5 |

ま1 オクチルメトキシシンナメートの定量結果による

\*1 オクチルメトキシシンナメートの定 【0019】表2からわかるように、比較例1の油性ス チックファンデーションは、化粧持ち特に耐皮脂性が劣 30 っている。比較例2は、本発明のポリビニルピロリドン / αーオレフィン共重合体と基本骨格は同一構造の被膜 剤を配合したものであるが、アルキル鎖長が本発明の範 囲外であるため、結果として比較例1に対して耐水、耐 皮脂性が良好な傾向にあるものの満足のいくものではなく、フィット感、さっぱりさに欠けていた。さらに従来のシリコーン系被膜剤を用いた比較例3では、化粧持ち

特にのびが重くなってしまうという欠点を有していた。 これに対し、本発明の実施例1及び実施例2は、いずれ も耐水、耐皮脂性に優れ化粧持ちがよく、この結果、サ ンスクリーン効果の持続性に優れ、さらにフィット感、 のび等の使用感触も良好な、全く新規なサンスクリーン スチックファンデーションであった。

向上効果は比較例2と同程度であり、さらに使用性面、

【0020】 【表3】

|                            | 実施例3 | 比較例4  |
|----------------------------|------|-------|
| 1. マイクロクリスタリンワックス          | 5    | 5     |
| 2. セレシンワックス                | 1    | 1     |
| 3. カルナバロウ                  | 0.5  | 0.5   |
| 4. 流動パラフィン                 | 1 3  | 1 3   |
| 5. トリメチロールプロパンートリーイソステアレート | 1 6  | 2 6   |
| 6. ソルビタンモノイソステアレート         | 2    | 2     |
| 7. PVP/トリアコンタンコポリマー*2      | 1 0  | _     |
| 8. ベンゾフェノンー3               | 1    | 1     |
| 9. シリコーン処理マイカ              | 15.4 | 15. 4 |
| 10、シリコーン処理雲母チタン            | 2    | 2     |
| 11. 球状ナイロン                 | 10   | 1 0   |
| 12. シリコーン処理二酸化チタン          | 2 0  | 2 0   |
| 13. シリコーン処理酸化鉄             | 4. 1 | 4. 1  |
| 14. 香料、酸化防止剤               | 適量   | 適量    |

# \*2 GAF製 ANTARON V-660

【0021】(製法)4~8を加熱溶解後、9~13を添加しディスパー分散する。このものをローラー処理し、85℃に加熱する。予め90℃にて加熱溶解、混合しておいて1~3及び14をこれに添加し混合後脱気する。所定の中皿に充填し放冷して容器に装填してコンパクト状ファンデーションを得た。

【0022】(効果)

【表4】

パクト状ファンデーションは、のびが軽いもののフィット感がなく、さっぱりさに欠け、化粧持ちが非常に悪いものであった。これに対し、本発明の実施例3のコンパクト状ファンデーションは、フィット感に優れ、耐水性、耐皮脂性共に良好な化粧持続性に優れた、全く新規なものであった。

[0024]

*30* 

|          |      | 実施例3 | 比較例4 |
|----------|------|------|------|
| 塗布時のフィッ  | ト感   | 0    | ×    |
| のび       |      | 0    | •    |
| さっぱり感    |      | 0    | Δ    |
| 化粧持ち     |      | •    | ×    |
| 特殊試験 * 1 | 耐水性  | 98   | 7 5  |
| (残存率%)   | 耐皮脂性 | 9 1  | 5 2  |

# \*1 ペンゾフェノン-3の定量結果による

【0023】表4から明らかなように、比較例4のコン

実施例4 透明サンスクリーンスチックファンデーション

|    | 原  | 料   | 名   | 称   | 重量% |
|----|----|-----|-----|-----|-----|
| 1. | パラ | フィン | ワック | ス   | 5   |
| 2. | カル | ナバロ | ウ   |     | . 1 |
| 3. | ジメ | チルシ | リコン |     | 5   |
| 4. | メチ | ルフェ | ニルシ | リコン | 2   |
| 5. | 流動 | パラフ | ィン  |     | 1 6 |

|     | 11                     | 8.    | 12  |
|-----|------------------------|-------|-----|
| 6.  | トリメチロールプロパン-トリー2-エチルヘキ | ナノエート | 5   |
| 7.  | オクチルメトキシシンナメート         |       | 5   |
| 8.  | オクチルジメチルPABA           |       | 3   |
| 9.  | 2-5エチルヘキシルサリシレート       |       | 3   |
| 10. | ステアリルアルコール             |       | 5   |
| 11. | ソルピタンモノパルミテート          |       | . 2 |
| 12. | PVP/エイコセンコポリマー         |       | 15  |
| 13. | ステアリン酸ソーダ処理超微粒子二酸化チタン  |       | 3   |
| 14. | 球状PMMA粉末               |       | 20  |
| 15. | 板状硫酸パリウム               |       | 1 0 |
| 16. | 香料、酸化防止剤               |       | 適量  |

【0025】3~12を加熱溶解後、13~15を添加 しホモミキサー分散する。このものを特殊機化製TKミ ル処理(湿式粉砕)し、90℃に加熱する。予め90℃ にて加熱溶解、混合しておいて1~2及び16をこれに 添加し混合後脱気する。所定のスチック容器に充填し放 冷して透明スチック状ファンデーションを得た。このよ\* \*うにして得た本発明品の実施例4の試作品は、透明タイプながら高い紫外線防止効果があり、かつ効果の持続性に優れる全く新規なサンスクリーンスチックファンデーションであった。

[0026]

実施例5 サンスクリーンリップトリートメント

| 1.  | キャンデリラワックス           | 8    |
|-----|----------------------|------|
| 2.  | セレシン                 | 10   |
| 3.  | スクワラン                | 18   |
| 4.  | グリセリルジイソステアレート       | 16   |
| 5.  | ラノリン                 | 2 1  |
| 6.  | PVP/エイコセンコポリマー *1    | 1 2  |
| 7.  | オクチルメトキシシンナメート       | 7. 5 |
| 8.  | オリーブ油                | 7. 0 |
| 9.  | 顔料分散レーキベース(ローラー処理済み) | 0.5  |
| 10. | 香料、薬剤                | 適量   |
|     |                      |      |

\*1 GAF社製 ANTARON V-220

【0027】(製法) 3~8を加熱溶解後、9を添加し 30 ディスパー分散する。予め90℃にて加熱溶解、混合しておいて1~3及び14をこれに添加し混合後脱気する。所定のスチック容器に充填し放冷して本発明のサンスクリーンリップトリートメントを得た。

[0028]

【発明の効果】本発明の固型油性化粧料は、のびの軽さを保ちながらフィット感に優れ、さらに耐水、耐汗性だけでなく耐油性に優れ、皮脂による経時での薬効成分や化粧成分の消失が極めて少ないものであって、従来の固型油性化粧利用の問題点を解決した画期的なものである。

# フロントページの続き

# (72)発明者 熊谷 重則

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第1リサーチセンター内